

M-H

コク

日本国特許
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

09/763025
PCT/JP99/04609

庁コP99/4609

20.09.99

#31/2

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出願年月日
Date of Application:

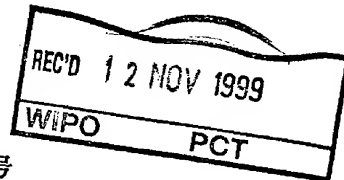
1998年 8月31日

出願番号
Application Number:

平成10年特許願第244809号

出願人
Applicant(s):

住友電気工業株式会社

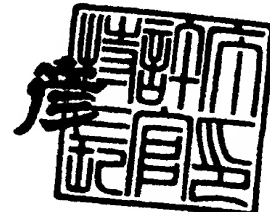


PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

1999年10月29日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近藤隆彦



出証番号 出証特平11-3073433



【書類名】 特許願

【整理番号】 098Y0173A

【提出日】 平成10年 8月31日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C03B 37/014
G02B 6/00

【発明の名称】 ガラス物品の製造方法及び光ファイバ母材

【請求項の数】 7

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会
社 横浜製作所内

 【氏名】 石原 朋浩

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会
社 横浜製作所内

 【氏名】 齋藤 達彦

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会
社 横浜製作所内

 【氏名】 大賀 裕一

【特許出願人】

 【識別番号】 000002130

 【氏名又は名称】 住友電気工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100072844

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 萩原 亮一

 【電話番号】 03-3504-1894

【選任した代理人】

【識別番号】 100092004

【弁理士】

【氏名又は名称】 安西 篤夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100071799

【弁理士】

【氏名又は名称】 内田 明

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 051507

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9703599

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ガラス物品の製造方法及び光ファイバ母材

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 気相合成法により合成したガラス微粒子堆積体を、加熱炉を使用して真空又は減圧雰囲気中で、透明化温度より低い温度で加熱してガスを除去するか、又は透明化温度より低い温度で加熱してガスを除去するとともに加熱収縮させる第 1 の加熱工程と、透明ガラス化温度で加熱して透明化させる第 2 の加熱工程からなる熱処理を施して透明化するガラス物品の製造方法において、前記第 2 の加熱工程がガラス微粒子堆積体表面の温度が 1400～1480℃となるように制御して 70 分以上加熱するものであることを特徴とするガラス物品の製造方法。

【請求項 2】 前記第 1 の加熱工程が 1000～1300℃で 10Pa 以下になるまでガスの除去を行う脱気工程であることを特徴とする請求項 1 に記載のガラス物品の製造方法。

【請求項 3】 前記第 1 の加熱工程が 1000～1300℃で 10Pa 以下になるまでガスの除去を行う脱気工程と、10Pa 以下の真空度において 1300～1400℃で加熱する加熱収縮処理工程とからなることを特徴とする請求項 1 に記載のガラス物品の製造方法。

【請求項 4】 前記加熱炉として複数に分割しそれぞれ独立に制御できるようにしたヒータを備えた加熱炉を使用し、ガラス微粒子堆積体の温度を複数部分に分けて制御することを特徴とする請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載のガラス物品の製造方法。

【請求項 5】 前記各工程において、ヒータとガラス微粒子堆積体とを隔離する炉心管の温度を測定し、その温度に基づいて各工程の温度を制御することを特徴とする請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のガラス物品の製造方法。

【請求項 6】 前記ガラス微粒子堆積体がロッドと多孔質部分からなる屈折率プロファイルを有する複合母材であることを特徴とする請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載のガラス物品の製造方法。

【請求項 7】 気相合成法により合成したロッドと多孔質部分からなる屈折

率プロファイルを有する複合母材であるガラス微粒子堆積体を透明ガラス化温度で加熱して透明化させて得られる光ファイバ母材であって、長さが1000mm以上であり、外径のばらつきが直径の±2%以内であることを特徴とする光ファイバ母材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は高品質のガラス物品の製造方法及び該方法によって得られる光ファイバ母材に関し、特にそのまま光ファイバ母材とするか、光ファイバ母材製造のための中間製品となる母材の製造方法、及び該方法によって得られる長尺でしかも外径のばらつきの小さい光ファイバ母材に関する。

【0002】

【従来の技術】

光ファイバ母材などのガラス物品の製造方法として、気相合成法、例えば気相軸付法（VAD法）あるいは外付法（OVD法）により合成されたガラス微粒子堆積体を加熱炉中で真空あるいは減圧雰囲気で高温加熱処理することにより透明化する方法がある。高品位で安定した品質の光ファイバを得るためには、極力、光ファイバ母材中への気泡の残留を無くし、かつ外径を均一とすることが必要である。気泡の残留がなく、外径が長手方向に均一な光ファイバ母材を得る方法として、本発明者らは加熱透明化工程を3工程に分け、それぞれの工程の温度を適切に制御する方法を提案している（特開平6-256035号公報）。この方法は気相合成したガラス微粒子堆積体を真空又は減圧雰囲気下で加熱処理して透明化する方法において、該加熱処理が母材からのガスを除去する第1の加熱工程、前記第1の加熱工程より高く透明化温度より低い温度で加熱収縮させる第2の加熱工程、及び透明ガラス化温度で透明化させる第3の加熱工程を含むことを特徴としている。また、この方法の第2の加熱工程において、ガラス微粒子堆積体を加熱する発熱体を上下方向に多段に分割しそれぞれ独立に温度を制御できるようにし、下部の発熱体の温度が上部の発熱体の温度以上になるように設定すれば、外径差を小さくできる効果がある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

前記方法によれば、光ファイバ母材の長さが1000mm未満であれば長手方向で外径のばらつきが小さい製品を得ることができる。しかしながら、長手方向に長尺化した光ファイバ母材では長手方向各箇所では自重の掛かり方が大きくなるため、前記第3の加熱工程における高温での加熱処理の際に自重が大きく掛かる箇所では引き延びが発生して外径が細くなり、自重があまり掛からない箇所では外径が太くなるという問題が生じる。

すなわち、従来は長さが1000mm以上で外径のばらつきが小さい光ファイバ母材を製造する方法は確立されていなかった。ところが、近年、大量生産の必要性や製造工程の効率化の観点から、長尺でしかも品質のすぐれた（外径のばらつきが小さい）光ファイバ母材の製造方法の確立が望まれている。

本発明はこのような従来技術における問題点を解決し、長尺でしかも外径のばらつきの小さい光ファイバ母材など、高品質のガラス物品を得ることができるガラス物品の製造方法、及び従来製造が困難であった長尺でしかも外径のばらつきの小さい光ファイバ母材を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明は（1）気相合成法により合成したガラス微粒子堆積体を、加熱炉を使用して真空又は減圧雰囲気中で、透明化温度より低い温度で加熱してガスを除去するか、又は透明化温度より低い温度で加熱してガスを除去するとともに加熱収縮させる第1の加熱工程と、透明ガラス化温度で加熱して透明化させる第2の加熱工程からなる熱処理を施して透明化するガラス物品の製造方法において、前記第2の加熱工程がガラス微粒子堆積体表面の温度が1400～1480℃となるように制御して70分以上加熱するものであることを特徴とするガラス物品の製造方法、（2）前記第1の加熱工程が1000～1300℃で10Pa以下になるまでガスの除去を行う脱気工程であることを特徴とする前記（1）のガラス物品の製造方法、（3）前記第1の加熱工程が1000～1300℃で10Pa以下になるまでガスの除去を行う脱気工程と、10Pa以下の真空度において13

00～1400℃で加熱する加熱収縮処理工程とからなることを特徴とする前記（１）のガラス物品の製造方法、（４）前記加熱炉として複数に分割しそれぞれ独立に制御できるようにしたヒータを備えた加熱炉を使用し、ガラス微粒子堆積体の温度を複数部分に分けて制御することを特徴とする前記（１）～（３）のいずれか１つのガラス物品の製造方法、（５）前記各工程において、ヒータとガラス微粒子堆積体とを隔離する炉心管の温度を測定し、その温度に基づいて各工程の温度を制御することを特徴とする前記（１）～（４）のいずれか１つのガラス物品の製造方法、（６）前記ガラス微粒子堆積体がロッドと多孔質部分からなる屈折率プロファイルを有する複合母材であることを特徴とする前記（１）～（５）のいずれか１つのガラス物品の製造方法、及び（７）気相合成法により合成したロッドと多孔質部分からなる屈折率プロファイルを有する複合母材であるガラス微粒子堆積体を透明ガラス化温度で加熱して透明化させて得られる光ファイバ母材であって、長さが1000mm以上であり、外径のばらつきが直径の±2%以内であることを特徴とする光ファイバ母材である。

【0005】

【発明の実施の形態】

本発明の方法においては、先ず第１の加熱工程において、真空又は減圧雰囲気中で、VAD法あるいはOVD法などの気相合成法で得られたガラス微粒子堆積体からのガスの除去、又はガスの除去とともに加熱収縮させる処理を行う。この工程においては1000～1300℃で10Paになるまでガスの除去を行う（脱気工程）か、あるいは該脱気工程に加えてさらに10Pa以下の真空度で1300～1400℃程度の温度で加熱収縮処理を行う（加熱収縮処理工程）のが好ましい。

【0006】

次に、前記第１の加熱工程により脱気及び加熱収縮処理を行ったガラス微粒子堆積体を、第２の加熱工程（透明ガラス化工程）において1400～1480℃の温度範囲で70分以上の長時間を要して加熱し、透明ガラス化することを特徴とする。すなわち、加熱温度を、従来、透明ガラス化に必要と考えられていた温度（例えば前記特開平6-256035号公報においては1490～1600℃

）よりも低い温度範囲とし、温度が低い場合には特に温度が下がりやすい両端部において焼き残しが発生するおそれがあるので、加熱時間を長くすることによって透明ガラス化を完結させるようにしている。このように加熱温度を低く設定することにより、自重による引き延びが防止され、品質の安定したガラス物品を得ることができ、光ファイバ母材の場合には1000mm以上の長尺であっても外径のばらつきが直径の±2%以内という、外径が長手方向で均一な光ファイバ母材を得ることができる。なお、従来のように透明ガラス化時の温度が十分高い場合には、両端部においても焼き残しが発生することはない、また、従来のように短尺のガラス微粒子堆積体の場合には自重の影響も少ないため、透明化温度が高くても引き延びが発生することもない。

本発明の方法において第1の加熱工程及び第2の加熱工程を実施するための加熱炉として、複数に分割しそれぞれ独立に制御できるようにしたヒータを備えた加熱炉を使用し、ガラス微粒子堆積体の温度を複数部分に分けて制御するのが好ましい。このようにすることによって、長尺のガラス微粒子堆積体を加熱する場合でも引き延びやすい部分と引き延びにくい部分の温度を適切に制御することができる。

【0007】

本発明の方法によりガラス微粒子堆積体の透明化を行う場合、加熱炉のヒータとガラス微粒子堆積体とを隔離するため、該母材をカーボン材等からなる炉心管内に挿入して加熱炉内に装入する。

前記第1及び第2の加熱工程における温度制御は、放射温度計等を使用して多孔質ガラス母材表面の温度を測定し、その測定値に基づいてヒータの出力を制御することによって行うようにする。なお、通常の場合、ガラス微粒子堆積体表面の温度は炉心管の温度に近い温度となっているため、より測定が容易な炉心管の温度を測定し、その測定値に基づいてヒータの出力を制御するようにしてもよい。

【0008】

【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこの実施例

に限定されるものではない。

(実施例 1)

VAD法で合成した純シリカからなるガラス微粒子堆積体を図1に示す真空焼結炉を使用して本発明の方法に従い透明ガラス化した。図1の真空焼結炉において1はガラス微粒子堆積体、2は真空焼結炉本体、3は炉心管、4はヒータ、5は不活性ガス供給装置、6及び7はそれぞれ炉心管3及び炉本体2内へ供給する不活性ガスの流量計、8及び9はそれぞれ炉心管3及び炉本体2への不活性ガスの供給用配管、10及び11は炉内減圧用吸入ポンプ、12及び13はそれぞれ炉本体2及び炉心管3から排気するための配管、14は母材1を支えるシード棒、15は上蓋、16は母材1の表面温度計測用の炉心管3まで貫通しているのぞき穴、16'は炉心管3の温度計測用のぞき穴、17は母材1の表面温度を計測する温度計、18は炉心管3の温度を計測する温度計、19は温度制御装置、20はトラバース機構である。なお、図では炉本体2及び炉心管3の両方にそれぞれ別々にガス供給、排気手段を設けているが、これらはどちらか一方のみとすることもできる。また、図には記載を省略したが配管8、9、12、13にはバルブが設けられており、これらのバルブの切替で真空排気又はガスの吹流しを行う。さらに、これも図示省略したが、温度計18は温度制御装置19にも接続されている。

【0009】

ガラス微粒子堆積体は外径200mm、有効部長さ1500mmのものを使用した。真空焼結炉の温度を400℃に保って炉心管3に挿入したガラス微粒子堆積体1を炉本体2内へ装入し、上蓋15で炉内を密封し、炉内圧力を10Paまで下げた。この状態でガラス微粒子堆積体1の全域における表面温度を10℃/分の昇温速度で1300℃まで上昇させて60分間保持し、ガラス微粒子堆積体1に吸着したガスを十分に脱気した（脱気工程）。

次にガラス微粒子堆積体1の表面温度を5℃/分で上昇させ、1350℃で50分間保持した。

【0010】

次にガラス微粒子堆積体1の表面温度を5℃/分で上昇させ、ガラス微粒子堆

積体1の全域における表面温度を1420℃とした後、100分間保持して透明ガラス化した（透明ガラス化工程）。この後、ヒータでの加熱を停止して降温を続け、600℃で製品を取り出した。得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ1400mmで外径は全長にわたって 90 ± 0.5 mm（外径変化率 $\pm 0.56\%$ ）であり、外径のばらつきが小さく、良好な品質を有していた。

本実施例においては、VAD法で合成したガラス微粒子堆積体を透明化したがり、中心部にGeがドーパされ屈折率を高くし、外周部に純SiO₂層を有するガラスロッドの周囲にVAD法によりSiO₂多孔質層を形成させたガラス微粒子堆積体からなる同寸法の複合母材を透明ガラス化しても同様の効果が得られた。

【0011】

（比較例1）

実施例1で使用したのと全く同じガラス微粒子堆積体を、同じ設備により以下の条件で透明ガラス化した。すなわち、真空焼結炉の温度を400℃に保って炉心管3に挿入したガラス微粒子堆積体1を炉本体2内へ装入し、上蓋15で炉内を密封し、炉内圧力を10Paまで下げた。この状態でガラス微粒子堆積体1の全域における表面温度を10℃/分の昇温速度で1300℃まで上昇させて60分間保持し、ガラス微粒子堆積体1に吸着したガスを十分に脱気した（脱気工程）。

次に、ガラス微粒子堆積体1の表面温度を5℃/分で上昇させ1350℃とし、同温度で50分間保持した（加熱収縮処理工程）。

次にガラス微粒子堆積体1の表面温度を5℃/分で上昇させ、ガラス微粒子堆積体1の全域における表面温度を1500℃とした後、60分間保持して透明ガラス化した（透明ガラス化工程）。この後、ヒータでの加熱を停止して降温を続け、600℃で製品を取り出した。得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ1400mmで外径は全長にわたって 90 ± 4.5 mmであり、外径のばらつきが大きかった。

【0012】

実施例1及び比較例1の結果をまとめると表1のとおりであり、また、これらの例における軸方向に対する外径変動の傾向を図2に示す。これらの結果から、

外径の安定化に重要な因子は、第2の加熱工程（透明ガラス化工程）において、従来技術よりも低い1400～1480℃の範囲で70分以上、好ましくは100分以上保持して引き延びを防止すること、であることがわかる。

【0013】

【表1】

表1 処理条件及び得られたガラス物品の外径変動

		実施例1		比較例1	
		温度	時間	温度	時間
		(℃)	(分)	(℃)	(分)
第1の加熱工程	脱気工程	1300	60	1300	60
	加熱収縮処理工程	1350	50	1350	50
第2の加熱工程		1420	100	1500	60
外径変動 (mm)		±0.5		±4.5	

【0014】

(実施例2)

実施例1で使用したのと全く同じガラス微粒子堆積体を、同じ設備により同じ温度条件で透明ガラス化した。ただし、本実施例においては透明ガラス化処理中の温度の制御を真空焼結炉内の炉心管温度を測定する温度計18を用いて、炉心管3の温度を測定することによって行った。得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ1400mmで外径は全長にわたって90±0.7mmであり、外径のばらつきが小さく、良好な品質を有していた。この結果から、ガラス微粒子堆積体表面の温度を測定する代わりに、比較的測定の容易な炉心管の温度

を測定し、同様の温度条件に制御することによっても、ほぼ同様の効果が得られることがわかる。

【0015】

【発明の効果】

本発明の方法によれば高品質で外径のばらつきの小さい長尺のガラス物品を容易に製造することができ、従来製造が困難であった長さ1000mm以上の長尺でしかも外径のばらつきが直径の±2%以内という、外径が長手方向で均一な光ファイバ母材を容易に製造することができる。

また、本発明の光ファイバ母材は、従来得られなかった長尺でしかも外径が長手方向で均一な光ファイバ母材であり、その産業上の利用価値は極めて高いものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】

実施例で使用した真空焼結炉の装置構成を示す概略説明図。

【図2】

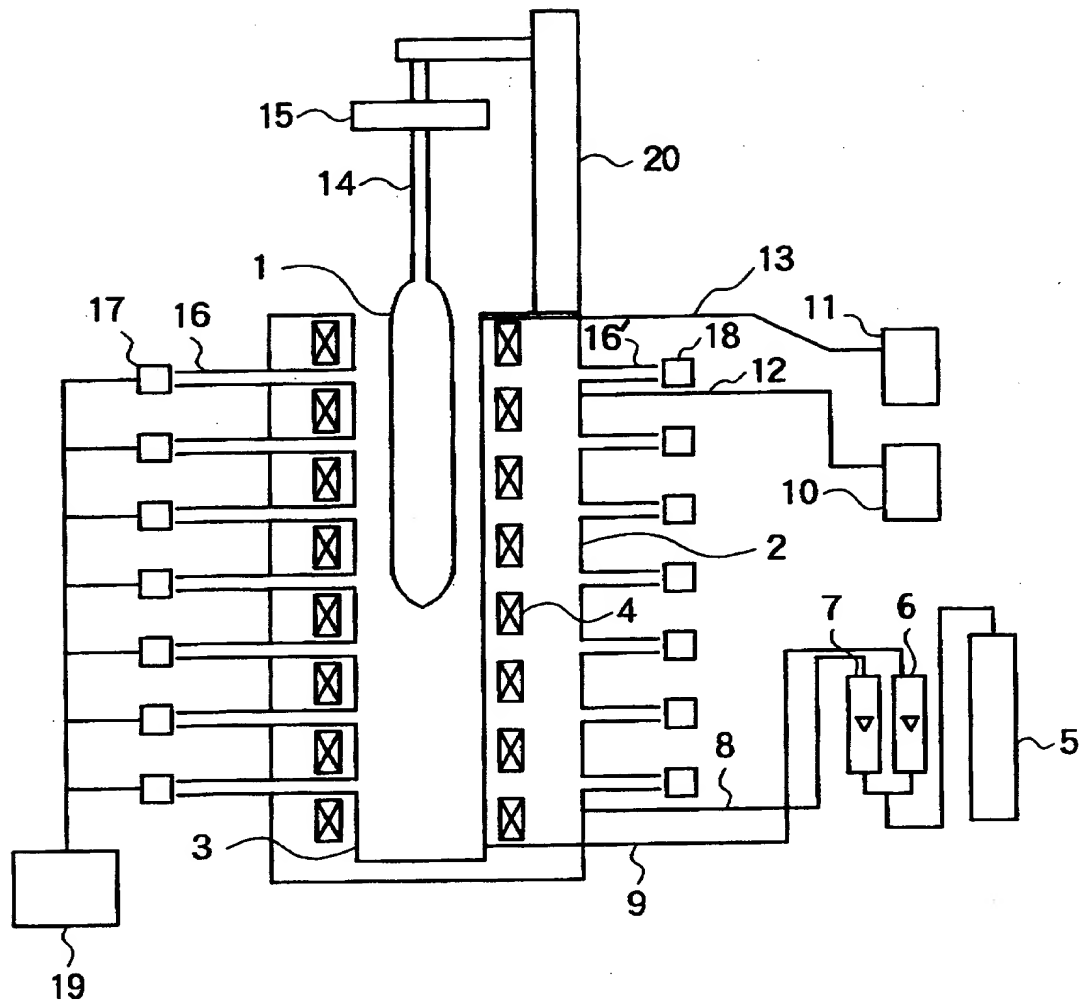
実施例及び比較例で得られた光ファイバ母材の長手方向における外径変化を示す図。

【符号の説明】

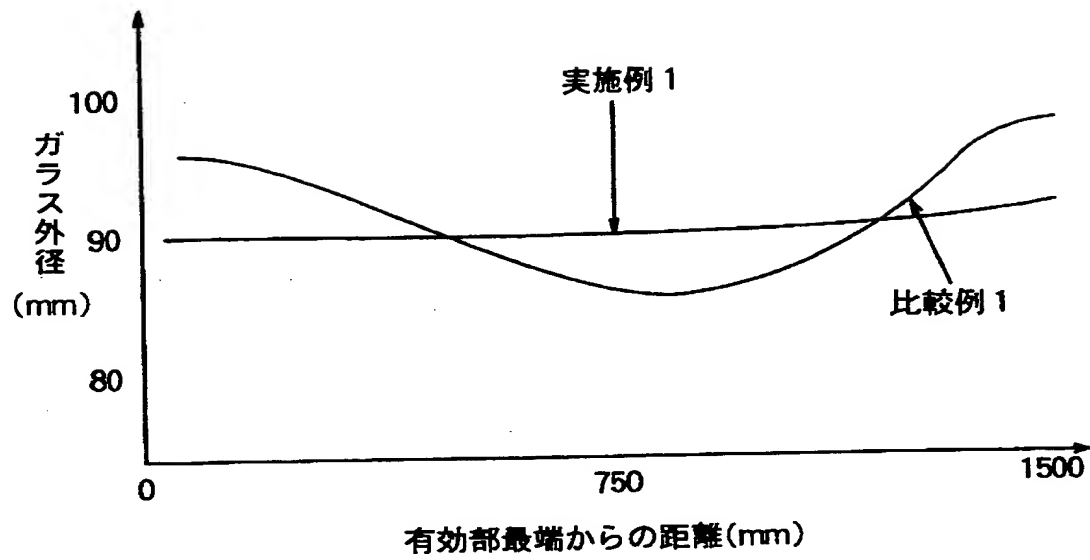
- | | | | | | |
|-------|------------|-------|-------------|--------|-----------|
| 1 | ガラス微粒子堆積体 | 2 | 真空焼結炉本体 | 3 | 炉心管 |
| 4 | ヒータ | 5 | 不活性ガス供給装置 | | |
| 6、7 | 不活性ガスの流量計 | 8、9 | 不活性ガスの供給用配管 | | |
| 10、11 | 炉内減圧用吸入ポンプ | 12、13 | 配管 | | |
| 14 | シード棒 | 15 | 上蓋 | 16、16' | 温度計測用のぞき穴 |
| 17、18 | 温度計 | 19 | 温度制御装置 | 20 | トラバース機構 |

【書類名】 図面

【図 1】



【図2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高品質のガラス物品の製造方法及び長尺でしかも外径のばらつきの小さい光ファイバ母材を提供すること

【解決手段】 気相合成法により合成したガラス微粒子堆積体を、真空又は減圧雰囲気中で、透明化温度より低い温度で加熱してガスを除去するか、又は透明化温度より低い温度で加熱してガスを除去するとともに加熱収縮させる第1の加熱工程と、透明ガラス化温度で加熱して透明化させる第2の加熱工程からなる熱処理を施して透明化するガラス物品の製造方法において、前記第2の加熱工程がガラス微粒子堆積体表面の温度が1400～1480℃となるように制御して70分以上加熱するものであることを特徴とするガラス物品の製造方法、及び該方法で得られる光ファイバ母材。

【選択図】 なし。

【書類名】
【訂正書類】

職権訂正データ
特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】

000002130

【住所又は居所】

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

【氏名又は名称】

住友電気工業株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】

100072844

【住所又は居所】

東京都港区虎ノ門一丁目16番2号 虎ノ門千代田
ビル 萩原・安西・内田特許事務所

【氏名又は名称】

萩原 亮一

【選任した代理人】

【識別番号】

100092004

【住所又は居所】

東京都港区虎ノ門一丁目16番2号 虎ノ門千代田
ビル 萩原・安西・内田特許事務所

【氏名又は名称】

安西 篤夫

【選任した代理人】

【識別番号】

100071799

【住所又は居所】

東京都港区虎ノ門一丁目16番2号 虎ノ門千代田
ビル 萩原・安西・内田特許事務所

【氏名又は名称】

内田 明

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002130]

1. 変更年月日 1990年 8月29日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

氏 名 住友電気工業株式会社

